

WATER REPELLENT TREATMENT

Patent Number: JP62191447
 Publication date: 1987-08-21
 Inventor(s): HIRAMOTO HIROYUKI; others: 02
 Applicant(s):: STANLEY ELECTRIC CO LTD
 Requested Patent: ☐ JP62191447
 Application Number: JP19860034183 19860219
 Priority Number(s):
 IPC Classification: C03C17/34 ; C03C17/30 ; C08J7/00 ; C09K3/18
 EC Classification:
 Equivalents: JP1728703C, JP4015179B

Abstract

PURPOSE: To impart water repellency to the surface of a substrate, by forming a plasma polymerization film on the surface of the substrate, roughening the polymerization film surface by etching and further forming a plasma polymerization film thereon.

CONSTITUTION: A substrate 1 is set on a cathode electrode 11 in a vessel 13 and a silicone based or fluorine based monomer gas is introduced from a gas inlet 15. A high-frequency voltage is applied from an electric power source 14 across the electrodes 11 and 12 to generate plasma and form a plasma polymerization film 2 having about 0.1-2.0 μ m film thickness on the surface of the substrate 1. After forming the polymerization film 2, the introduction of the monomer gas is stopped and changed over to an etching gas, e.g. CH₄, Ar, O₂ or a mixed gas thereof, to roughen the surface of the polymerization film 2. The introduction of the etching gas is then stopped to reintroduce the monomer gas and form a plasma polymerization film 3 having about 0.1-0.5 μ m film thickness on the polymerization film 2. Thereby the aimed coat having improved water repellency is readily formed on the surface of the substrate 1 with good stability.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-191447

| | | | |
|-------------------------|-------|-----------|-----------------------|
| ⑪ Int. Cl. ⁴ | 識別記号 | 庁内整理番号 | ⑬ 公開 昭和62年(1987)8月21日 |
| C 03 C 17/34 | | A-8017-4G | |
| | | 8017-4G | |
| C 08 J 7/00 | 3 0 6 | 7206-4F | |
| C 09 K 3/18 | 1 0 1 | 6958-4H | |
| | 1 0 2 | 6958-4H | |
| | 1 0 4 | 6958-4H | |
| | | 審査請求 有 | 発明の数 1 (全3頁) |

⑭ 発明の名称 撥水処理方法

⑯ 特 願 昭61-34183

⑰ 出 願 昭61(1986)2月19日

| | | |
|---------|-------------|-------------------|
| ⑱ 発 明 者 | 平 本 廣 幸 | 町田市成瀬台3-28-1 |
| ⑱ 発 明 者 | 酒 井 悟 | 横浜市緑区荏田南2-17-8 |
| ⑱ 発 明 者 | 高 橋 政 之 | 東京都世田谷区東玉川1-16-12 |
| ⑲ 出 願 人 | スタンレー電気株式会社 | 東京都目黒区中目黒2丁目9番13号 |
| ⑳ 代 理 人 | 弁理士 秋元 輝雄 | 外1名 |

明 細 書

1. 発明の名称

撥水処理方法

2. 特許請求の範囲

- (1). 基材表面にプラズマ重合膜を形成した後、その表面をエッチングにより粗面化し、更にプラズマ重合膜を形成することを特徴とする撥水処理方法。
- (2). プラズマ重合膜としてシリコン系またはフッ素系重合膜を用いる特許請求の範囲第1項記載の撥水処理方法。
- (3). エッチング時に CF_4 、Ar、 O_2 またはこれらの混合ガスを用いる特許請求の範囲第1項または第2項記載の撥水処理方法。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は、自動車用バックミラー、ヘッドランプレンズ、交通信号灯用レンズ、各種窓ガラス、眼鏡レンズ等の表面の撥水性を高めるのに好適な撥水処理方法に関するものである。

(従来技術)

従来は、基材の表面に撥水性樹脂(シリコン樹脂、フッ素樹脂等)を塗布して表面に樹脂の塗膜を形成して撥水性を持たせている。塗布方法としては、スプレー法、浸漬法、ブレード法などを用いる。

しかし、このように撥水性樹脂を単に塗布しただけでは、撥水性の度合いが低かつたり(接触角 $90 \sim 100^\circ$)、耐熱性・耐薬品性に劣る。また、塗膜の耐摩耗性が低いばかりでなく、経時変化が大きく特性の低下が著しいため、短寿命であるといった欠点がある。

(発明の目的)

本発明の目的は、すぐれた撥水性を容易に得ることができる撥水処理方法を提供することにある。

(発明の概要)

本発明は、基材表面にプラズマ重合膜を形成した後、その表面をエッチングにより粗面化し、更にプラズマ重合膜を形成することを特徴とするものである。

(実施態様)

重合膜2の形成後、モノマーガスを止め、エツ

次に、本発明方法の実施の態様について説明する。まず、第1図に示すように基材1の表面にプラズマ重合膜2を形成し、次いでこの重合膜2の表面をエッチングにより粗面化する。その後、再度プラズマ重合膜3を形成する。重合膜2の膜厚は $0.1 \sim 2.0 \mu\text{m}$ とし、重合膜3の膜厚は $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ とする。

上記処理には第2図に示すような容量結合型高周波プラズマ(低温プラズマ)発生装置(周波数 13.56 MHz)を用い、基材1はそのカソード電極11上にセットする。カソード電極11とアノード電極12は容器13内に配置され、高周波電源14に接続される。容器13にはガス導入口15と排気口16があり、ガス導入口15から、まずシリコン系またはフッ素系のモノマーガスを導入する。この状態で電極11、12間に高周波電圧を印加してプラズマを発生させると、基材1の表面にプラズマ重合膜2が形成される。この膜厚は $0.1 \sim 2.0 \mu\text{m}$ で十分である。

測定したところ、 $\theta = 130^\circ$ であり、十分な撥水性を示した。この撥水性は極めて安定であり、大気中に1ヶ月間放置した後も、 $\theta > 120^\circ$ であつた。また、この重合膜をスチールワール $\#0000$ で強く擦つても全く傷が付かず、十分な耐摩耗性を有していた。

(発明の効果)

本発明は次のような効果を有する。

(1) 基材表面を極めてすぐれた撥水性にすることができる。通常の材料で最も高い撥水性を示すテフロン材でも接触角は約 100° であるが、プラズマ重合膜は適切なモノマーガス(シリコン系またはフッ素系)を選び、適度な条件により形成すれば $100 \sim 110^\circ$ の接触角を容易に実現できる。表面を粗面化することで撥水性が高まるが、エッチングにより表面物性が変化するため、よりすぐれた撥水性とするには、更に重合膜を設ける必要がある。

(2) 撥水処理は低温での処理であり、いかなる材料にも施すことが可能であり、効果も大である。

エッチング用ガスに切替える。エツチングガスとしては、 OH 、 Ar 、 O_2 またはこれらの混合ガスを用いる。このエツチングは表面の粗面化が目的である。エツチングにより粗面化した後、エツチングガスを止め、再びモノマーガスを導入する。そして、プラズマ重合膜2の形成と同じ方法により $0.1 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の重合膜3を形成する。

実施例を以下に示す。

(a) アクリル及びガラス基板上に次の条件によりプラズマ重合膜を $1.0 \mu\text{m}$ 形成した。

| | |
|--------|-----------------|
| モノマーガス | ヘキサメチルジシロキサン |
| 真空度 | 20 Pa |
| R.F. | 150 W |

... (A)

(b) 次に $\text{CF}_4 + \text{Ar}$ 混合ガスをエツチングガスとして10分間エツチングを行い、重合膜表面を粗面化した。

(c) 続いて前記(A)と同じ条件でプラズマ重合膜を $0.2 \mu\text{m}$ 形成した。

(d) この試料の水による接触角(第3図の θ)を

例えば、ベシクミラーを撥水処理すれば、視界が常に確保でき、安全性が向上する。ヘッドランプレンズや交通信号のレンズに適用すれば、水滴付着による光のロスを防ぐことができる。

(3) この撥水性表面は、摩擦係数が非常に小さいため、汚れた水滴が付着しにくく、しかもゴミも付きにくい。従つて、高層ビルの窓ガラスに適用すれば、優れた効果を発揮する。

(4) 撥水処理を施した表面は、一度重合膜を形成した後、エツチングにより粗面化し、その上に再度重合膜を形成した二重の重合膜としたことにより、安定性が向上し半永久的な特性となる。

(5) この撥水性表面は、耐摩耗性に優れている。これは、プラズマ重合を行う場合、基材をカソード電極上にセットしたため、重合と同時にスパッタリングが生じ、弱い結合分子は取り除かれ、強い結合のみにより膜が形成されるからである。

(6) この撥水性表面は、耐熱性、耐薬品性に優れている。これは、プラズマ重合膜が三次元クロ

スリンク構造から成り立っているためと考えら

れる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明に係る撥水処理方法の一実施例を示す処理工程説明図、第2図は撥水処理に用いる装置の構成図、第3図は撥水性の度合い（水による接触角）を示す図である。

1 …… 基材、

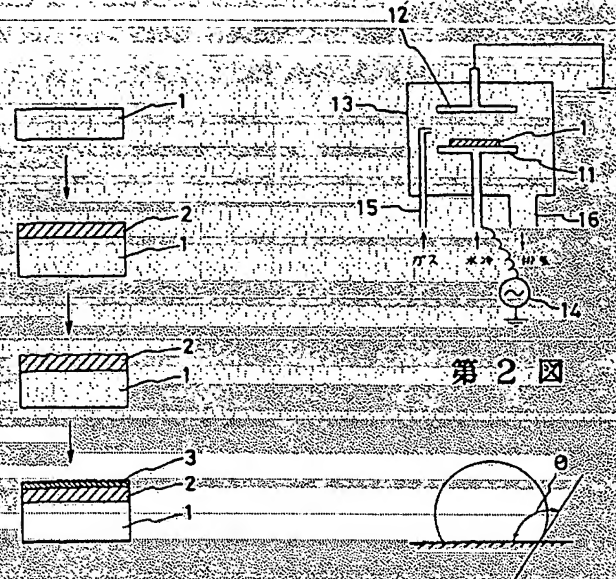
2 及び 3 …… プラズマ重合膜、

11 …… 容量結合型高周波プラズマ発生装置のカソード電極、

12 …… アノード電極、 13 …… 容器、

14 …… 高周波電源、 15 …… ガス導入口、

16 …… 排気口。



第2図

第1図

第3図

特許出願人 スタンレー電気株式会社

代理人 秋元 雄 雄

同 秋元 不二